

JP-A-78119/1973

Stabilizing 2-hydroxyethyl (meth) acrylate - using a polymn inhibitor

Patent Assignee: NIPPON KAYAKU KK (NIPK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 48078119	A	19731020				
					197404	B

Priority Applications (No Type Date): JP 728731 A 19720125

Abstract (Basic): JP 48078119 A

Acylhydrazide, e.g. HCONHNH₂, BuCONHNH₂, AcNHNH₂Et, or AcNHNHPh, is used in the title process as polymsn. inhibitor. In an example, no polymsn. was obtd. by distilling 2-hydroxyethyl acrylate in vacuo in the presence of 0.5% HCONHNH₂.

Derwent Class: A60; E17



特 許 願 (2)

① 日本国特許庁

公開特許公報

昭和47年 1月25日

特許庁長官 井 土 武 久 殿

1. 発 明 の 名 称 β -ヒドロキシアルキルアクリレートまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートの重合防止法
2. 発 明 者 大 塚 幸 夫 氏
住 所 群馬県高崎市岩倉町239番地
氏 名 大 塚 幸 夫 氏 (ほか2名)
3. 特 許 出 願 人

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
氏 名 (408) 日本化薬株式会社
代表取締役社長 安 三 郎

4. 代 理 人 平 田 一 郎

住 所 東京都千代田区丸の内一丁目2番1号
氏 名 日本化薬株式会社内 特許係 (216) 係長
(6126) 弁護士 竹 田 和 彦

5. 添付書類の目録

- | | |
|-----------|-----|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 図 面 | 1 通 |
| (3) 願書副本 | 1 通 |
| (4) 委任状 | 1 通 |

明 細 書

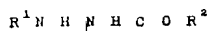
1. 発 明 の 名 称

β -ヒドロキシアルキルアクリレートまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートの重合防止法。

2. 特 許 請 求 の 範 囲

下記的一般式に示すヒドラジド化合物を β -ヒドロキシアルキルアクリレートあるいは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートの蒸留の際に添加することを特徴とする β -ヒドロキシアルキルアクリレート又は β -ヒドロキシアルキルメタクリレートの重合防止法。

一般式



R^1 は水素、メチル基、エチル基又はフェニル基を示し、 R^2 は水素または炭素が1乃至5個のアルキル基を示す。

3. 発 明 の 詳 細 な 説 明

本発明は、 β -ヒドロキシアルキルアクリレー

①特開昭 48 78119

④公開日 昭48.(1973) 1020

②特願昭 47-8731

②出願日 昭47.(1972) 1.25

審査請求 未請求 (全3頁)

庁内整理番号 ⑤日本分類

6529 43	16 B631.1.
6811 43	16 A03
6653 45	26(3)A3
7009 45	26(3)B162

トまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートの重合防止法に関するものである。

β -ヒドロキシアルキルアクリレートまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートはアクリル酸またはメタクリル酸と酸化アルキレンの反応によつて合成されるが、合成段階では通常の重合防止剤例えばハイドロキノン、ハイドロキノンモノメチルエーテル、フェノチアジンなどで重合は容易に防止される。しかるに蒸留時に於て、精溜塔などの蒸気の凝縮部にほとんどの溶剤に不溶性のいわゆるポブコン重合を起こしやすい。このポブコン重合は蒸溜開始後すみやかに起こり、急速に成長し、短時間で蒸溜塔を閉塞するに到らしめる。ポブコン重合物は殆んど溶剤に対して不溶であり、装置内の洗浄は甚だ困難である。ポブコン重合物はそのものがまた重合の核となるために装置内の洗浄は完全を期さなければならない。従つて該エステル類は工業的には従来は精溜が非常に困難であつた。

従来、 β -ヒドロキシアルキルアクリレートま

ニル基を示し R^2 は水素又は炭素が 1 乃至 5 個のアルキル基を示す。

本発明のヒドラジド化合物は微量製品に混入しても通常は重合にそのまま使用することは何ら支障は来さないが、特に必要であれば強酸性カチオン交換樹脂によつて容易にヒドラジド化合物を除去することができる。

本発明においてエステルに添加する重合防止剤の量はモノマーの種類、蒸留温度、蒸留型式などによつて差異はあるが、通常 0.01 乃至 1.0 重量%である。

本発明の重合防止剤は特に蒸留塔におけるポブコン重合の防止を目的とするために液体（釜底）において重合を防止する通常の重合防止剤、例えばハイドロキノン、ハイドロキノンモノメチルエーテル、フェノチアジンなどを共存させることは有効なことである。

本発明に実施されるエステルは β -ヒドロキシエチルアクリレートおよびメタクリレート、 β -ヒドロキシプロピルアクリレートおよびメタクリ

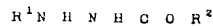
レートまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートのポブコン重合の防止法として酸化阻害を発生するような塩、例えば亜硝酸ソーダを用いる方法、或いはヒドラジンヒドラート又は β -ヒドロキシエチルヒドラジンを添加する方法がある。亜硝酸ソーダを用いる方法は蒸留塔内の重合は防止するが、溜出物に酸化阻害が混入してくるために着色が著しい欠点がある。

ヒドラジンヒドラートを用いる方法は十分な効果はあげられない。 β -ヒドロキシエチルヒドラジンを用いる方法は効果はあるが高価であるので実用的ではない。

本発明者等は β -ヒドロキシアルキル

メタクリレートまたは β -ヒドロキシアルキルメタクリレートのポブコン重合の重合防止剤を種々検討した結果、下記的一般式を有するヒドラジド化合物が有効であることを見出した。

一般式



ここで R^1 は水素、メチル基、エチル基又はフェ

レートである。

実施例 1

300 ml の褐色硝子製のヘルツ型蒸留ソフスコに、マクマホンパッキングを充填した長さ 25 cm の褐色硝子製の精溜塔を付し、粗製の β -ヒドロキシエチルアクリレート 200 g を減圧度 1 mm Hg、温度 55 ~ 65 °C で蒸留した。結果を表 1 に示す。重合防止剤は各々 0.5 g 添加した。

表 1

	重合防止剤種類	溜 出 量 (%)		
		50%以下	90%以下	90%以上
比較例	ハイドロキノン	○		
	ハイドロキノンモノメチルエーテル	○		
	ジ-tert-ブチルフェノール			
	ヒドラジンヒドラート			
実施例	NH_2NHCOH			○*
	$NH_2NHCOCH_3$			○*
	$NH_2NHCOOC_2H_5$			○*
	$NH_2NHCOOC_4H_9$			○*
	$C_2H_5NNHNCOCCH_3$			○
	$C_6H_5NNHNCOCCH_3$		○	

* 重合物は全く発生しなかつた。

実施例 2

β -ヒドロキシエチルメタクリレートについて実施例 1 と全く同様な操作で減圧度 1 mm Hg、温度 60 °C ~ 70 °C で蒸留した。重合防止剤は各々 0.5 g 添加した。結果を表 2 に示す。

表 2

	重合防止剤の種類	溜 出 量 (%)		
		50%以下	90%以下	90%以上
比較例	ハイドロキノン	○		
	ハイドロキノンモノメチルエーテル	○		
	ジ-tert-ブチルフェノール		○	
実施例	NH_2NHCOH			○*
	$NH_2NHCOCH_3$			○*
	$NH_2NHCOOC_2H_5$			○*
	$C_6H_5NNHNCOCCH_3$			○*

* 重合物は全く発生しなかつた。

特許出願人 日本化薬株式会社

特開 48-78119 (3)

4 前記以外の発明者

フリガナ 住 所 群馬県高崎市西馬町 2 番 9 番地

フリガナ 氏 名 前 沢 久 郎

住 所 群馬県高崎市西馬町 2 番 9 番地

氏 名 前 沢 久 郎

手 続 補 正 書

昭和 47 年 4 月 12 日

特許庁長官 井 土 武 久 殿

1 事件の表示

昭和 47 年特許願第 8 7 3 1 号

2 発明の名称

β-ヒドロキシアルキルアクリレートまたはβ-ヒドロ
キシアルキルメタクリレートの重合防止法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人
東京都千代田区丸の内一丁目 2 番 1 号
(408) 日本化薬株式会社
代表者 取締役社長 原 安三郎

4 代 理 人

東京都千代田区丸の内一丁目 2 番 1 号
日本化薬株式会社内
(4124) 弁護士 竹 田 和 彦

5 補正命令の日付

(自 発)

6 補正にともなう増加する発明の数

7 補正の対象 明細書の発明の詳細な説明の欄

8 補正の内容

別紙の通り



補 正 の 内 容

- 1 明細書第 4 頁 10 行目において「0 0 1」とあるを「0 0 0 0 1」と訂正する。